

FR 97 12035

(19)

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 202 165  
A1

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 86401007.9

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>: C07H 15/04

(22) Date de dépôt: 12.05.86

(30) Priorité: 15.05.85 FR 8507431

(71) Demandeur: Roquette Frères

(43) Date de publication de la demande:  
20.11.86 Bulletin 86/47

F-62136 Lestrem(FR)

(84) Etats contractants désignés:  
CH DE FR IT LI NL

(72) Inventeur: Gouy, Pierre-Antoine

59, Chemin Vert

F-59130 Lambersart(FR)

Inventeur: Leleu, Jean-Bernard

22, Place du 8 mai

F-62136 Lestrem(FR)

(74) Mandataire: Koch, Gustave et al

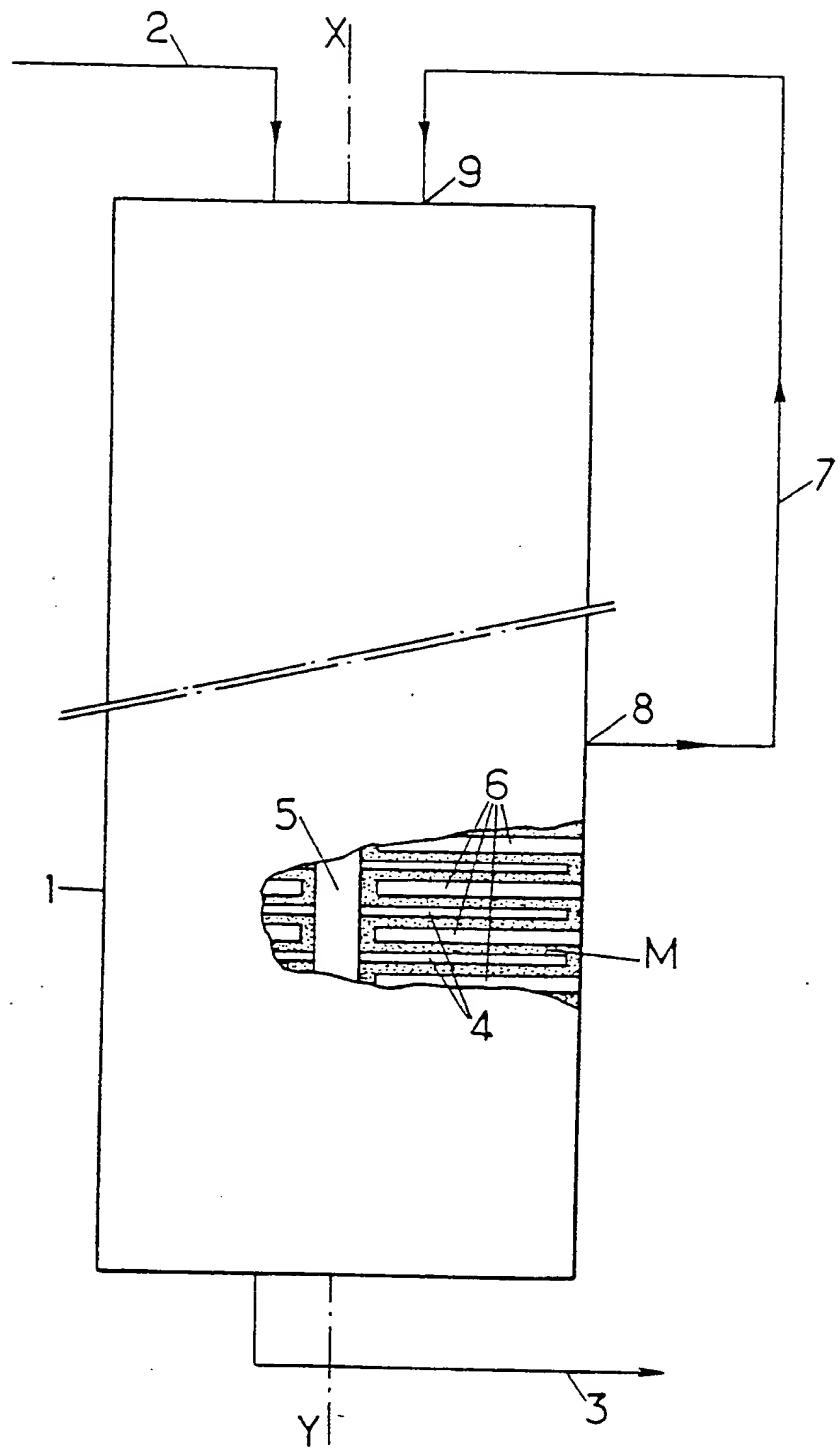
Cabinet PLASSERAUD 84, rue d'Amsterdam

F-75009 Paris(FR)

(54) Procédé et installation de production de maltitol cristallisé.

(57) Procédé de production de maltitol cristallisé anhydre dans lequel la masse M soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage, une enceinte 1 à l'intérieur de laquelle elle est soumise à un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, la masse cristallisée étant récupérée en continu en bas de l'enceinte, des moyens étant prévus pour prélever à un niveau intermédiaire 8 une fraction de la masse M et à la recycler à un niveau 9 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte.

EP 0 202 165 A1



## Procédé et installation de production de maltitol cristallisé

L'invention a pour objet un procédé et une installation de production de maltitol cristallisé.

Il est connu de préparer le maltitol cristallisé par refroidissement de sirops riches en maltitol en présence de cristaux de maltitol qui jouent le rôle de germes de cristallisation.

Ce procédé ne donne pas entièrement satisfaction.

Or, pour faire face aux contraintes notamment économiques toujours plus sévères, la Société Demanderesse a cherché à mettre au point un procédé et une installation répondant mieux que ceux qui existent déjà aux divers desiderata de la pratique, en particulier du point de vue de la productivité de l'opération de cristallisation par unité de volume de l'appareillage utilisé.

Et elle a trouvé que ce but pouvait être atteint grâce à un procédé caractérisé par le fait

-que l'on fait parcourir à une masse formée de sirop et de cristaux de maltitol, de haut en bas, en continu et sous malaxage, une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas éventuellement modulé de 0,2 à 2°C/heure, de préférence de 0,5 à 2 et plus préférentiellement encore de 0,5 à 1,2°C/heure de traitement,

-que l'on alimente ladite zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de maltitol ayant une richesse en maltitol supérieure à 80 %, de préférence de 88 à 98 % et plus préférentiellement encore de 90 à 95 % en poids et un taux de matières sèches supérieur à 65 %, de préférence de 70 à 87 % et plus préférentiellement encore de 70 à 85 % en poids et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 120 %, de préférence de 40 à 110 % et plus préférentiellement encore de 80 à 100 % de la quantité de sirop de maltitol introduite dans la zone, et

-que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de maltitol à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

Pour mettre en oeuvre le susdit procédé, on a recours, conformément à l'invention, à une installation constituée essentiellement d'une enceinte de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

5 -d'un système d'alimentation en sirop riche en maltitol au voisinage de son extrémité supérieure,

10 -d'un système de malaxage et d'un système de régulation de température propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas,

15 -d'un système d'extraction continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit fortement enrichi en cristaux de maltitol qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit, et

20 -de moyens propres à prélever à un niveau intermédiaire de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale, une fraction de la masse soumise à la cristallisation et à recycler cette fraction dans l'enceinte à un niveau voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

25 L'invention vise également d'autres dispositions qui s'utilisent de préférence en même temps et dont il sera plus explicitement question ci-après.

30 Et elle pourra, de toute façon, être bien comprise à l'aide du complément de description qui suit et du dessin annexé qui sont relatifs à des modes de réalisation avantageux.

35 La figure unique du dessin montre schématiquement une installation conforme à l'invention.

40 Se proposant, par conséquent, de produire du maltitol cristallisé conformément à l'invention, on s'y prend comme suit ou de façon équivalente.

45 On utilise comme matière première des sirops de maltitol provenant d'un éluat de chromatographie riche en maltitol, présentant une teneur en matières sèches supérieure à 65 % et, de préférence, d'environ 70 à 87 % en poids, le maltitol entrant pour au moins 80 % et, de préférence, pour une proportion de 88 % à 98 % et plus préférentiellement encore de 90 à 95 % en poids, dans la constitution sur matières sèches du sirop.

50 Ce sirop est, de préférence, sensiblement exempt de cristaux de maltitol et de nucléi.

Il est acheminé vers une zone de cristallisation verticale ou inclinée, qu'il parcourt en continu de haut en bas à partir d'un point situé au voisinage de son extrémité supérieure et à l'intérieur de laquelle il est soumis, en présence de cristaux de maltitol jouant le rôle de germes de cristallisation, à un malaxage et à un gradient de température globalement décroissant de haut en bas.

La température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur choisie dans l'intervalle de 50 à 90°C, de préférence de 55 à 80°C et plus préférentiellement de 60 à 70°C.

Le gradient de température établi à l'intérieur de la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,2 à 2°C, de préférence de 0,5 à 1,2°C par heure de traitement et est tel qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phénomène de cristallisation, se trouve amenée à une température située à l'intérieur d'un intervalle de 40 à 20°C, de préférence de 30 à 25°C.

Au fur et à mesure que la masse soumise à la cristallisation se rapproche de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, sa richesse en cristaux de maltitol augmente.

L'obtention, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation d'une masse riche en cristaux qui puisse être extraite en continu sans dérèglement des paramètres du processus de cristallisation, dérèglement qui se répercute au niveau de l'étape suivante de séparation de la phase liquide et des cristaux et qui pourrait nécessiter des arrêts intermittents de l'installation, est rendue possible, par le procédé selon l'invention et notamment grâce au prélèvement, à un niveau médian distant des extrémités de la zone d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale d'une fraction de la masse soumise à cristallisation qui est recyclée et réintroduite dans la zone de cristallisation à un niveau voisin de son extrémité supérieure.

La fraction prélevée et recyclée représente, en volume, de 10 à 120 %, de préférence de 40 à 110 % et plus préférentiellement encore de 80 à 100 % du volume de sirop de maltitol alimentant la zone de cristallisation.

Le débit d'alimentation en sirop de maltitol est choisi de façon telle que le temps de séjour moyen, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la zone de cristallisation soit de 40 à 80 heures, de préférence

de 48 à 65 heures ; la valeur adoptée dépend des capacités d'échange thermique des moyens comportés par la zone et à l'aide desquels est établi, à l'intérieur de ladite zone au sein de la masse soumise à la cristallisation, le gradient de température décroissant.

La viscosité de la masse soumise à cristallisation qui augmente au fur et à mesure que croît la proportion de cristaux de maltitol, c'est-à-dire dans le sens descendant, fait que la zone de cristallisation est, de préférence, équipée de moyens de refoulement ou d'aspiration propres à faciliter le cheminement de la masse à l'intérieur de la zone.

Par ailleurs, les moyens de malaxage et d'homogénéisation comportés par la zone de cristallisation doivent être agencés de telle sorte que les zones mortes soient évitées et que l'échange thermique entre la masse soumise à cristallisation et les moyens de refroidissement soit le plus efficace possible.

Le produit extrait de la zone de cristallisation et qui constitue, comme déjà indiqué, une masse riche en cristaux de maltitol, comprend des cristaux de maltitol d'un spectre granulométrique caractérisé par une faible proportion de fins et de gros cristaux et par une forte proportion de cristaux de taille intermédiaire, ce spectre ne variant pas dans le temps, ce grâce à quoi l'étape de traitement suivante, qui consiste à séparer ces cristaux de la phase liquide dans laquelle ils baignent, ne connaît pas de perturbation.

Cette séparation comprend un essorage et éventuellement un lavage grâce auxquels on récupère la majeure partie de la phase liquide ; celle-ci forme des eaux-mères dont la concentration en maltitol est inférieure à celle du sirop de maltitol de départ --cette concentration atteint généralement de 70 à 96 % et plus généralement encore de 80 à 90 %--et dans lesquelles on retrouve la presque totalité des impuretés contenues dans le sirop de maltitol de départ.

Les eaux-mères recueillies peuvent être partiellement recyclées.

Ceci étant, pour mettre en oeuvre le procédé conforme à l'invention, on peut avoir recours à une enceinte unique 1 ayant la forme d'un cylindre de révolution d'axe XY.

L'axe XY est disposé avantageusement suivant la verticale mais peut également être incliné.

L'enceinte est équipée

-d'un système d'alimentation en sirop de maltitol au niveau de l'extrémité supérieure de l'enceinte et représenté schématiquement par une canalisation 2,

-d'un système de malaxage et de régulation de la température dont il va être question et

-d'un système d'extraction en continu au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte et schématiquement représenté par une canalisation 3, ce système étant propre à récupérer la masse riche en cristaux de maltitol obtenue à la sortie de la zone de cristallisation ; ce système d'extraction peut comporter des moyens d'aspiration non représentés qui coopèrent à faire parcourir l'enceinte à la masse soumise à la cristallisation.

Le système de malaxage et de régulation de la température dont il est question ci-dessus peut avantageusement comporter

- un ensemble de bras de malaxage 4 portés à intervalles réguliers par un arbre rotatif 5 dont l'axe est confondu avec l'axe XY de l'enceinte,

-des nappes de refroidissement 6 disposées en alternance avec les bras malaxeurs 4 et portées par la paroi de l'enceinte 1, ces nappes de refroidissement étant parcourues par un fluide de refroidissement.

Conformément à l'invention, l'enceinte comporte en outre des moyens globalement représentés en 7 et propres

-à prélever à un niveau intermédiaire 8 de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale, une fraction de la masse M soumise à cristallisation et parcourant l'enceinte de haut en bas et

-à recycler cette fraction à un niveau 9 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte.

La capacité d'échange thermique, le système de régulation de température, la vitesse de rotation des moyens de malaxage et la vitesse avec laquelle, sous l'influence des moyens d'aspiration non représentés, la masse soumise à cristallisation parcourt l'enceinte, c'est-à-dire la durée moyenne

de séjour d'une fraction donnée de cette masse à l'intérieur de l'enceinte, sont choisies de façon telle que s'établisse, au sein de l'ensemble de la masse soumise à cristallisation, le gradient de température prévu conformément à l'invention.

On signale que, dans la pratique, le fluide de refroidissement est de l'eau et que l'écart moyen de température en un point donné de l'enceinte entre cette eau et la masse soumise à cristallisation, est de l'ordre de 2 à 10°C.

#### EXEMPLE

a) On a recours à une installation conforme à l'invention comportant une enceinte cylindrique unique d'un volume utile de 3 m<sup>3</sup>.

On introduit dans cette enceinte, avec un débit de 50 l/h, un sirop de maltitol ayant une teneur en matières sèches de 82,6 % et comprenant 92 % en poids sur matières sèches de maltitol, les 8 % restants étant constitués par du sorbitol, du maltotriitol et des oligosaccharides hydrogénés.

La température du sirop à l'entrée de l'enceinte est d'environ 65°C.

Simultanément on recycle, avec un débit de 40 l par heure, une fraction de la masse en cours de cristallisation prélevée à un niveau sensiblement médian de l'enceinte.

La durée de passage moyen à l'intérieur de l'enceinte d'une fraction donnée de la masse soumise à la cristallisation est d'environ 60 heures.

La masse riche en cristaux extraite au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte se trouve à une température voisine de 30°C, le gradient de température globalement décroissant de haut en bas correspondant donc à environ 0,6°C par heure.

La teneur en maltitol des eaux-mères récupérées après séparation et lavage des cristaux de maltitol est de 85 % sur matières sèches, le complément à 100 étant constitué par du sorbitol, du maltotriitol et des oligosaccharides hydrogénés.

Le rendement de cristallisation qui est donné par la formule :

$$r = \frac{A - H}{100 - H}$$

dans laquelle

-A, qui représente la richesse en maltitol du sirop d'alimentation, est égale à 92 % et

-H, qui représente la richesse des eaux-mères, est de 85 % après lavage des cristaux,

s'établit à 46,7 %.

On produit par jour 640 kg de maltitol, ce qui correspond à une productivité de 0,213 tonne par jour et par m<sup>3</sup> de l'enceinte.

Il ne se produit aucune perturbation nécessitant l'arrêt de l'installation qui fonctionne en continu.

Les cristaux recueillis après essorage et lavage présentent d'excellentes propriétés physiques et chimiques.

Ces cristaux sont d'une pureté supérieure à 99 %, leur indice d'écoulement est bon et leur répartition granulométrique est la suivante :

5

- cristaux de taille supérieure	
à 40 microns .....	85 %
- cristaux de taille inférieure	
à 250 microns .....	95 %

b) La même installation et les mêmes conditions opérationnelles sont utilisées.

Cependant, à un moment donné, après avoir atteint l'équilibre du système, la fraction recyclée est prélevée à un niveau situé à l'extérieur du domaine conforme à l'invention.

On constate alors rapidement une évolution des paramètres de cristallisation qui se manifeste après quelques heures par une mauvaise séparation au niveau du turbinage et qui finit par nécessiter l'arrêt de l'installation et l'enlèvement de la masse qui la remplit avant de la remettre en marche sous les conditions conformes à l'invention.

#### Revendications

1. Procédé de production de maltitol cristallisé caractérisé par le fait

-que l'on fait parcourir à une masse formée de sirop et de cristaux de maltitol, de haut en bas, en continu et sous malaxage, une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas éventuellement modulé de 0,2 à 2°C/heure de traitement,

-que l'on alimente ladite zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de maltitol ayant une richesse en maltitol supérieure à 80 % en poids et un taux de matières sèches supérieur à 65 % et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités, d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 120 % de la quantité de sirop de maltitol

15

introduite dans la zone, et

20

-que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de maltitol à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

25

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le gradient de température globalement décroissant est de 0,5 à 1,2°C/heure de traitement.

30

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le sirop servant de matière première présente une richesse en maltitol de 88 à 98 %, de préférence de 90 à 95 % en poids et un taux de matières sèches de 70 à 87 % en poids.

35

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que la fraction recyclée représente en volume de 40 à 110 % et, de préférence, de 80 à 100 % du volume de sirop de maltitol alimentant la zone de cristallisation.

40

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la température du sirop de maltitol au moment de son introduction dans la zone de cristallisation est de 50 à 90°C, de préférence de 55 à 80°C et plus préférentiellement de 60 à 70°C et que la masse extraite de la zone de cristallisation se trouve à la sortie de celle-ci à une température de 40 à 20°C, de préférence de 30 à 25°C.

50

6. Installation de production de maltitol cristallisé caractérisée par le fait qu'elle comprend essentiellement une enceinte de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

55

-d'un système d'alimentation en sirop riche en maltitol au voisinage de son extrémité supérieure,

-d'un système de malaxage et d'un système de régulation de température propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas,

-d'un système d'extraction continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit fortement enrichi en cristaux de maltitol qui est acheminé par

des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit, et

-de moyens propres à prélever à un niveau intermédiaire de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins 1/6, de préférence 1/5 et plus préférentiellement encore 1/3 de la longueur totale une fraction de la masse soumise à la cristallisation et à recycler cette fraction dans l'enceinte à un niveau voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

15

20

25

30

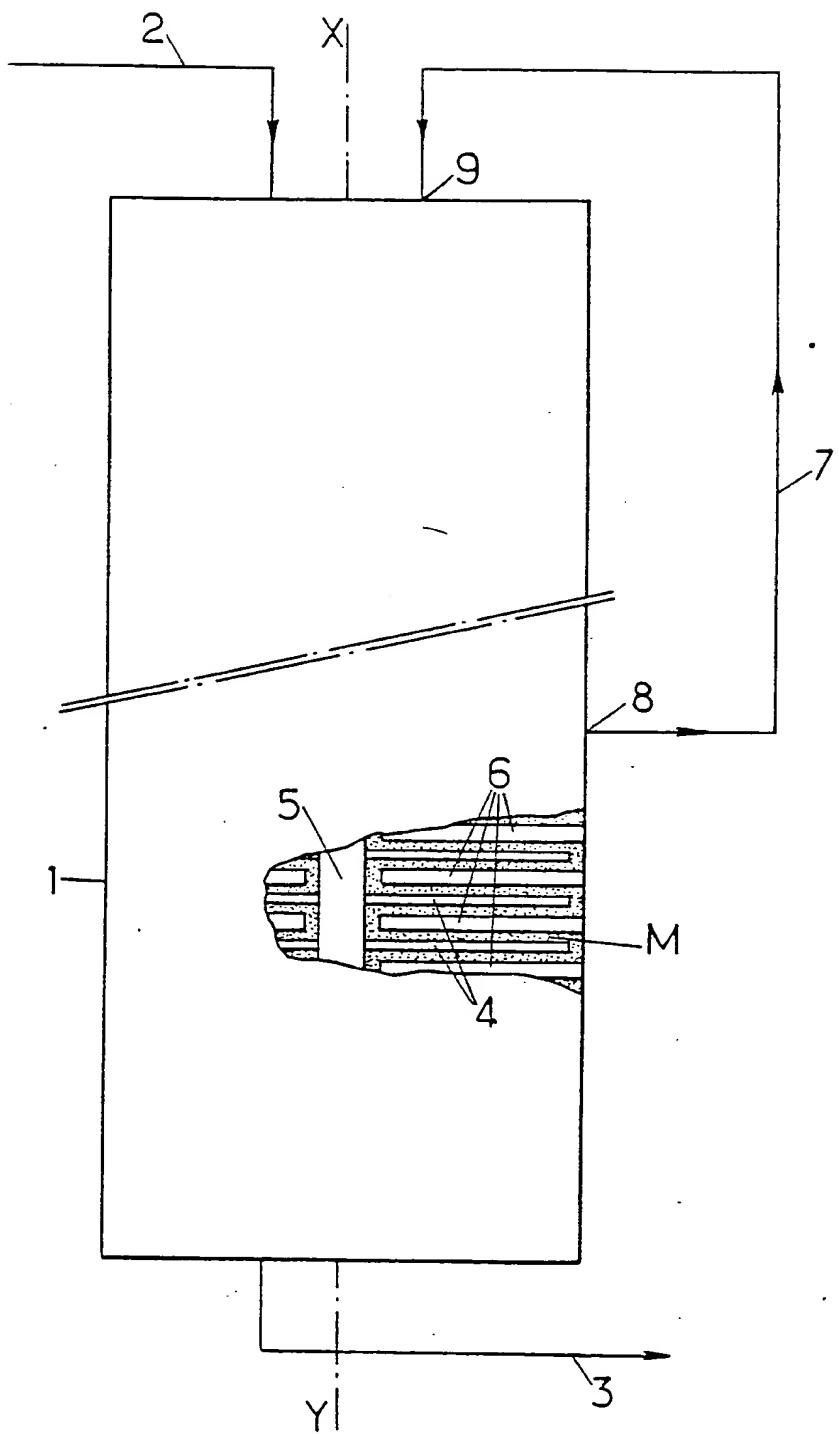
35

40

45

50

55





## Office européen des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

**Numero de la demande**

EP 86 40 1007

## DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
			C 07 H 15/04
Y	EP-A-0 039 981 (C.V. CHEMIE COMBINATIE AMSTERDAM) * Pages 1-15 *	1-6	
Y	FR-A-2 499 576 (KABUSHIKI KAISHA HAYASHIBARA SEIBUTSU KAGAKU KENKYUJO) * Pages 1-4 *	1-6	
	-----		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 07 H 15/00

Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications

Lieu de la recherche <b>LA HAYE</b>	Date d'achèvement de la recherche <b>01-07-1986</b>	Examinateur <b>VERHULST W.</b>
--	--	-----------------------------------

#### CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul  
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie  
A : arrière-plan technologique  
O : divulgation non-écrite  
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention

E : document ou principe à la base de l'invention, document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date

D : cité dans la demande

L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant